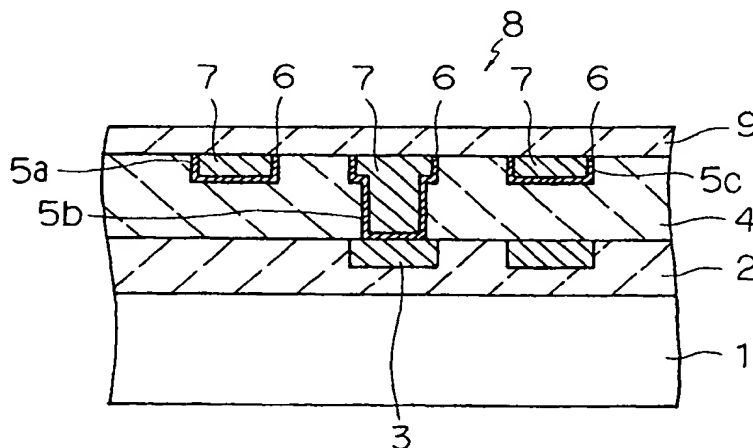


(51) 国際特許分類6 C23C 14/34, H01L 21/285		A1	(11) 国際公開番号 WO00/00661
			(43) 国際公開日 2000年1月6日(06.01.00)
(21) 国際出願番号 PCT/JP99/03407		渡辺高志(WATANABE, Takashi)[JP/JP] 〒235-0022 神奈川県横浜市磯子区汐見台2-8-2-C510 Kanagawa, (JP)	
(22) 国際出願日 1999年6月25日(25.06.99)		石上 隆(ISHIGAMI, Takashi)[JP/JP] 〒247-0005 神奈川県横浜市栄区桂町303-1-2-713 Kanagawa, (JP)	
(30) 優先権データ		鈴木幸伸(SUZUKI, Yukinobu)[JP/JP] 〒233-0007 神奈川県横浜市港南区大久保2-14-1, B-308 Kanagawa, (JP)	
特願平10/182689	1998年6月29日(29.06.98)	JP	藤岡直美(FUJIOKA, Naomi)[JP/JP] 〒228-0015 神奈川県座間市南栗原4-3-11-402 Kanagawa, (JP)
特願平10/204001	1998年7月17日(17.07.98)	JP	(74) 代理人
特願平10/212829	1998年7月28日(28.07.98)	JP	須山佐一(SUYAMA, Saichi) 〒101-0046 東京都千代田区神田多町2丁目1番地 神田東山ビル Tokyo, (JP)
(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 株式会社 東芝(KABUSHIKI KAISHA TOSHIBA)[JP/JP] 〒210-0913 神奈川県川崎市幸区堀川町72番地 Kanagawa, (JP)		(81) 指定国 KR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)	
(72) 発明者 ; および (75) 発明者 / 出願人 (米国についてのみ) 渡辺光一(WATANABE, Koichi)[JP/JP] 〒223-0062 神奈川県横浜市港北区日吉本町4-14-1, D103 Kanagawa, (JP)		添付公開書類 国際調査報告書	
高阪泰郎(KOHSAKA, Yasuo)[JP/JP] 〒220-0072 神奈川県横浜市西区浅間町3-168-1-501 Kanagawa, (JP)			

(54) Title: SPUTTER TARGET

(54) 発明の名称 スパッターターゲット



## (57) Abstract

A sputter target consisting of a high-purity Nb containing not more than 3000 ppm of Ta and not more than 200 ppm of oxygen, with variations in Ta content limited to within  $\pm 30\%$  through the whole target and variations in oxygen content to within  $\pm 80\%$  throughout the whole target, thereby implementing a low-resistivity wiring film. In addition, each Nb crystal grain in the sputter target has a grain size 0.1 to 10 times the average crystal grain size and a grain size ratio between adjacent crystal grains is 0.1 to 10. Such a sputter target can minimize the occurrence of giant dust and is suitable for forming an Nb film used as a liner material for Al wiring.

(57)要約

スパッタターゲットはT a含有量が3000ppm 以下、酸素含有量が200ppm以下の高純度N bからなる。スパッタターゲット中のT a含有量のバラツキは、ターゲット全体として±30% 以内とされている。また、酸素含有量のバラツキは、ターゲット全体として±80% 以内とされている。このようなスパッタターゲットによれば、低抵抗率の配線膜を実現することができる。さらに、スパッタターゲット中のN bの各結晶粒は、平均結晶粒径に対して 0.1~10倍の範囲の粒径を有すると共に、隣接する結晶粒の粒径サイズの比が 0.1~10の範囲とされている。このようなスパッタターゲットによれば、巨大ダストの発生を大幅に抑制することが可能となる。これらスパッタターゲットは、A l配線のライナー材としてのN b膜の形成に好適である。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE	アラブ首長国連邦	DM	ドミニカ	KZ	カザフスタン	RU	ロシア
AL	アルバニア	EE	エストニア	LC	セントルシア	SD	スーダン
AM	アルメニア	ES	スペイン	LI	リヒテンシュタイン	SE	スウェーデン
AT	オーストリア	FI	フィンランド	LK	スリ・ランカ	SG	シンガポール
AU	オーストラリア	FR	フランス	LR	リベリア	SI	スロヴェニア
AZ	アゼルバイジャン	GA	ガボン	LS	レソト	SK	スロヴァキア
BA	ボスニア・ヘルツェゴビナ	GB	英国	LT	リトアニア	SL	シエラ・レオネ
BB	バルバドス	GD	グレナダ	LU	ルクセンブルグ	SN	セネガル
BE	ベルギー	GE	グルジア	LV	ラトヴィア	SZ	スワジランド
BF	ブルキナ・ファソ	GH	ガーナ	MA	モロッコ	TD	チャード
BG	ブルガリア	GM	ガンビア	MC	モナコ	TG	トーゴ
BJ	ベナン	GN	ギニア	MD	モルドヴァ	TJ	タジキスタン
BR	ブラジル	GW	ギニア・ビサウ	MG	マダガスカル	TZ	タンザニア
BY	ベラルーシ	GR	ギリシャ	MK	マケドニア旧ユーゴスラヴィア	TM	トルクメニスタン
CA	カナダ	HR	クロアチア		共和国	TR	トルコ
CF	中央アフリカ	HU	ハンガリー	ML	マリ	TT	トリニダード・トバゴ
CG	コンゴ	ID	インドネシア	MN	モンゴル	UA	ウクライナ
CH	スイス	IE	アイルランド	MR	モーリタニア	UG	ウガンダ
CI	コートジボアール	IL	イスラエル	MW	マラウイ	US	米国
CM	カメルーン	IN	インド	MX	メキシコ	UZ	ウズベキスタン
CN	中国	IS	アイスランド	NE	ニジェール	VN	ヴェトナム
CR	コスタ・リカ	IT	イタリア	NL	オランダ	YU	ユーゴスラビア
CU	キューバ	JP	日本	NO	ノールウェー	ZA	南アフリカ共和国
CY	キプロス	KE	ケニア	NZ	ニュージーランド	ZW	ジンバブエ
CZ	チェコ	KG	キルギスタン	PL	ポーランド		
DE	ドイツ	KP	北朝鮮	PT	ポルトガル		
DK	デンマーク	KR	韓国	RO	ルーマニア		

## 明 細 書

## スパッタターゲット

## 技術分野

本発明は、半導体素子のライナー材などの形成に好適なNbスパッタターゲットに関する。

## 背景技術

近年、LSIに代表される半導体工業は、急速に進捗しつつある。

64MビットDRAMやそれ以降の半導体素子では、高集積化、高信頼性化、高機能化が進むにつれて、微細加工技術に要求される精度も益々高まっている。このような集積回路の高密度化に伴って、AlやCuを主成分として形成される金属配線の幅は $1/4\mu\text{m}$ 以下になりつつある。

一方、集積回路を高速で動作させるためには、Al配線やCu配線の抵抗を低減することが必須となる。従来の配線構造では、配線の高さを厚くすることで配線抵抗を低減することが一般的であった。しかし、さらなる高集積化や高密度化が図られた半導体デバイスにおいて、これまでの積層構造では配線上に形成される絶縁膜のカバレッジ性が悪くなり、当然歩留りも低下することになる。このため、デバイスの配線技術そのものを改良することが求められている。

そこで、従来の配線技術とは異なる、デュアルダマシン（DD）配線技術を適用することが検討されている。DD配線技術とは、予め配線溝を形成した下地膜上に、配線材となるAlやCuを主成分とする金属をスパッタリング法やCVD法などを用いて成膜し、熱処理（リフロー）により配線金属を溝内に流し込んだ後、CMP（Chemical Mechanical Polishing）法などで余剰の配線金属を除去する技術である。

ここで、DD配線構造においては、配線溝内にいかにして良好にAlなどを充填するかが重要となる。充填技術としては、上述したリフロー技術などが適用される。Alのリフロー性を向上させる膜（ライナー膜）としては、一般的にTi膜が用いられている。しかし、Ti膜ではリフロー工程でAlとTiが反応してAl<sub>3</sub>Ti化合物が形成され、その結果として配線抵抗が著しく上昇してしまうという問題がある。

このようなことから、Tiに代わるAlに対するライナー材料が種々検討されており、その中でも特にNbの使用が効果的であることが報告されている。NbはTiと比較して配線抵抗を低減することができ、またAlのリフロー性についても向上させることが可能となる。

ところで、256Mビットや1Gビット以上の集積度を有するDRAMなどの次世代の半導体メモリへの応用を考えた場合、配線膜の抵抗率は例えば4 $\mu\Omega$ cm以下が求められる。しかし、従来のNbターゲットを用いて成膜したNb膜をライナー材とし、その上にAl膜やAl合金膜を形成したAl配線膜では、抵抗率を再現性よく4 $\mu\Omega$ cm以下に抑えることが困難な状況にある。

加えて、配線膜中へのダストの混入などを極力低減する必要があるが、従来のNbターゲットでは例えば1 $\mu$ mを超えるような巨大なダストが突発的に発生してしまうという問題がある。その結果として、半導体デバイスの製品歩留りは大幅に低下してしまう。

上述したように、従来のNbターゲット用いて成膜したNbライナー膜を有するAl配線膜では、256Mビットや1Gビット以上のDRAMなどに求められている、例えば4 $\mu\Omega$ cm以下という抵抗率を十分にかつ再現性よく満足させることができない。さらに、Nbライナー膜の成膜中に突発的に巨大なダストが発生してしまい、その結果として半導体デバイスの製品歩留りを低下させてしまう。このように、従来のNbターゲッ

トは、次世代の半導体メモリなどのへの応用は困難な状況にある。

本発明の目的は、DD配線技術などを適用してAl配線膜を形成する際に、Al膜のライナー材としてのNb膜の電気特性や品質を高めることを可能にしたスパッタターゲットを提供することにある。具体的には、Al配線膜の抵抗率を例えば  $4\mu\Omega\text{cm}$ 以下に抑えることが可能なNb膜を再現性よく得ることを可能にしたスパッタターゲットを提供することを目的としている。さらに、突発的な巨大ダストの発生を抑制し、Nb膜の歩留りを向上させることを可能にしたスパッタターゲットを提供することを目的としている。

#### 発明の開示

本発明における第1のスパッタターゲットは、Ta含有量が3000ppm以下の高純度Nbからなることを特徴としている。第1のスパッタターゲットは、さらにターゲット全体のTa含有量のバラツキが $\pm 30\%$ 以内であることを特徴としている。

本発明における第2のスパッタターゲットは、高純度Nbからなるスパッタターゲットであって、前記Nbの各結晶粒は、平均結晶粒径に対して0.1~10倍の範囲の粒径を有すると共に、隣接する結晶粒の粒径サイズの比が0.1~10の範囲であることを特徴としている。第2のスパッタターゲットは、さらに隣接する結晶粒の粒径サイズの比のターゲット全体としてのバラツキが $\pm 30\%$ 以内であることを特徴としている。

本発明における第3のスパッタターゲットは、酸素含有量が200ppm以下の高純度Nbからなることを特徴としている。第3のスパッタターゲットは、さらにターゲット全体の酸素含有量のバラツキが $\pm 80\%$ 以内であることを特徴としている。

Nbターゲット中に含まれるTaは、Nbに比べて酸化しやすく、ま

たTaの酸化物 ( $Ta_2O_5$  など) は非常に安定な性質を有する。さらに、TaはAlとの反応性が高く、ある温度以上では $Al_3Ta$ などの金属間化合物を形成する。このような酸化物や金属間化合物が配線中に存在すると、抵抗率を上昇させる働きを示す。

そこで、第1のスパッタターゲットにおいては、不純物としてのTa含有量を3000ppm以下としている。さらに、ターゲット全体のTa含有量のバラツキを±30%以内としている。Ta含有量を低減した高純度Nbターゲットによれば、それを用いて成膜したNb膜中のTa量を低く抑えることができる。従って、 $Ta_2O_5$  や $Al_3Ta$ などの生成に起因する配線膜の抵抗率の上昇を大幅に抑制することが可能となる。

また、第3のスパッタターゲットにおいては、不純物としての酸素含有量を200ppm以下としている。さらに、ターゲット全体の酸素含有量のバラツキを±80%以内としている。高純度Nbターゲット中の酸素含有量を低減することによって、それを用いて成膜したNb膜中の酸素量を低く抑えることができる。これによって、配線膜の抵抗率を上昇させる要因の一つとなる $Ta_2O_5$ などの生成が抑制され、その結果として配線膜の低抵抗率化を実現することが可能となる。

従来のNbターゲットを用いた配線膜の抵抗率を、例えば  $4\mu\Omega\text{cm}$ 以下に再現性よく抑えることができなかった理由は、上述したNbに含まれるTaに起因するものである。このことは本発明者らによってはじめて見出されたものである。本発明のスパッタターゲットは、このようなNb膜中に存在するTa、特に $Ta_2O_5$ などのTa酸化物が配線膜に及ぼす影響を見出すことにより成されたものである。

また、従来のNbターゲットから突発的に発生する巨大なダスト（パーティクル）については、熱影響による歪みを結晶粒が回復しようとした際に、結晶粒のサイズに異なる歪み量の差が原因となることを見出

した。すなわち、隣接する結晶粒の粒径サイズが大きく異なっていると、大きな結晶粒が歪みを回復する過程において、それに隣接して存在する小さな結晶粒が多大な応力を受ける。その結果として、小さな結晶粒の一部もしくはそのもの自体が飛散して、巨大なダストとして基板上に付着する。

そこで、本発明の第2のスパッターターゲットにおいては、隣接する結晶粒の粒径サイズの比を0.1～10の範囲としている。このように、隣接する結晶粒の粒径サイズの比を小さくすることによって、結晶粒が歪みを回復しようとする過程で生じる応力差を緩和することができる。これによって、巨大なダストの発生が抑制され、Nb膜やそれを具備する配線膜の歩留りを大幅に向上させることが可能となる。

#### 図面の簡単な説明

図1は本発明のスパッターターゲットを使用して形成したDD配線構造を有する半導体デバイスの一構成例を示す図である。

#### 発明を実施するための形態

以下、本発明を実施するための形態について説明する。

本発明のスパッターターゲットは、高純度Nbからなるものである。スパッターターゲット中の不純物元素量は、一般的に低減することが好ましいとされているが、本発明はNbターゲットを用いて成膜したNb膜の特性に特に影響を及ぼす不純物元素を見出し、それに基づいて特定の不純物元素量を低減すると共に、不純物元素量のバラツキを低く抑えたものである。

具体的には、本発明のスパッターターゲットはTaの含有量が3000ppm以下の高純度Nbからなる。さらに、本発明のスパッターターゲットは、

酸素含有量が200ppm以下の高純度Nbからなることが好ましい。

ここで、NbとTaは隣接した関係にあり、Nb原料には必ずTaが含まれている。これらNbとTaは一般的に高融点金属と呼ばれており、また共に5A族元素であるため、非常に類似した性質を有している。そのため、NbからTaを分離することは容易ではなく、通常のNb材には不純物元素として比較的多くのTaが含まれている。

しかし、Taは酸化しやすく、また $Ta_2O_5$ などのTa酸化物は非常に安定な性質を有する。さらに、TaはAlとの反応性が高く、ある温度以上では $Al_3Ta$ などの金属間化合物を形成する。これらTaを含む酸化物や金属間化合物が配線膜中に存在すると、抵抗率を上昇させる働きを示す。

Nbターゲット中のTa含有量が多い場合や、Ta含有量のバラツキが大きい場合には、それを用いて成膜したNb膜中やその上に成膜されるAl膜との界面に、急速的に $Ta_2O_5$ や $Al_3Ta$ が形成され、配線膜の抵抗率を上昇させることになる。実際に溝配線にNb膜をスパッタ成膜した後にAl-Cu膜を形成し、その界面について調査した結果、 $Ta_2O_5$ が多量に検出され、そのようなAl配線膜は抵抗率が高いことが判明した。この結果から、従来のNbターゲットを用いた配線膜の抵抗率を、例えば $4\mu\Omega\text{cm}$ 以下に再現性よく抑えることができなかった理由は、上述したNbに含まれるTa、さらには $Ta_2O_5$ などの生成原因となる酸素に起因することを見出した。

そこで、本発明のスパッタターゲットにおいては、ターゲットを構成するNb中のTa含有量を3000ppm以下としている。このように、Nbターゲット中のTa含有量を3000ppm以下とすることによって、それを用いて成膜したNb膜中のTa量を低減することができる。従って、Nb膜中やその上に成膜されるAl膜との界面に形成もしくは存在する



$Ta_2O_5$  や  $Al_3Ta$  などの量は大幅に低下する。

さらに、本発明のスパッタターゲットにおいては、ターゲットを構成するNb中の酸素含有量を200ppm以下としている。このようなNbターゲットを用いて成膜したNb膜は、Ta酸化物( $Ta_2O_5$  など)の一方の生成原因となる酸素量が低いことから、Nb膜とその上に成膜されるAl膜(あるいはAl合金膜)との界面などに析出される $Ta_2O_5$ の量を大幅に低減することができる。

これらによって、Nb膜を具備する配線膜の抵抗率を大幅に低下させることができる。特に、ライナー材としてNb膜を有するAl配線膜の低抵抗化に大きく寄与する。スパッタターゲット中のTa含有量は2000ppm以下とすることがより好ましく、さらに好ましく1000ppm以下である。また、スパッタターゲット中の酸素含有量は150ppm以下とすることがより好ましく、さらに好ましく100ppm以下である。これらによって、より一層配線膜の抵抗率を下げるができる。

本発明のスパッタターゲット中のTa含有量のバラツキは、ターゲット全体として±30%以内とすることが好ましい。このように、ターゲット全体のTa含有量のバラツキを低く抑えることによって、それを用いて形成した配線膜全体の抵抗率を再現性よく下げることが可能となる。ターゲット全体のTa含有量のバラツキは15%以内とすることがさらに好ましい。

また、本発明のスパッタターゲット中の酸素含有量のバラツキは、ターゲット全体として±80%以内とすることが好ましい。このように、ターゲット全体の酸素含有量のバラツキを低く抑えることによって、それを用いて形成した配線膜全体の抵抗率を再現性よく下げることが可能となる。ターゲット全体の酸素含有量のバラツキは50%以内とすることがより好ましく、さらに好ましくは30%以内である。

上述した T a 含有量および酸素含有量のバラツキは、以下のようにして求めた値を指すものである。例えば、直径 320～330mm のスパッタターゲットの表面から 9 点の分析用サンプルを採取する。各サンプルは、ターゲットの中心と中心に対して X 軸方向および Y 軸方向にそれぞれ 75 mm、150 mm の各位置から採取する。これら 9 点の分析用サンプルの T a 含有量および酸素含有量を測定する。それらの最大値および最小値から以下の式に基づいてバラツキを求める。

$$\text{バラツキ} [\%] = \{ (\text{最大値} - \text{最小値}) / (\text{最大値} + \text{最小値}) \} \times 100$$

T a 含有量については、通常使用されている I C P - A E S（結合プラズマ原子発光分光分析）により測定した値とする。酸素含有量については、通常使用されている L E C O 社の不活性ガス融解・赤外線吸収法により測定した値とする。また、サンプルの採取位置は、ターゲットサイズに応じて適宜調整するものとする。

なお、本発明のスパッタターゲット中の T a および酸素以外の不純物元素については、一般的な高純度金属材のレベル程度であれば多少含んでいてもよい。しかし、配線抵抗の低減などを図る上で、他の元素についても同様に減少させることが好ましい。

本発明の高純度 N b からなるスパッタターゲットは、さらにそれを構成する N b 結晶粒の大きさを以下のように制御することが好ましい。すなわち、各結晶粒の粒径を平均結晶粒径に対して 0.1～10 倍の範囲とすると共に、隣接する結晶粒の粒径サイズの比を 0.1～10 の範囲とする。

ここで、ターゲットの結晶粒径とダストとの関係は数多く報告されている。通常、ダストと呼ばれているものは、スパッタリングにより飛散した粒子がスパッタ装置内に配置されている防着板やターゲットの非エロージョン領域に付着し、これらが剥離して生じるフレーク状ものや、結晶粒間のギャップに生じた電位差により異常放電が発生し、これに基

づいて生じるスプラッシュと呼ばれる溶融粒子などである。いずれにしても、通常は大きさが  $0.2 \sim 0.3 \mu\text{m}$  程度のものを指している。

しかし、従来のNbターゲットから突発的に発生するダストは、大きさが  $1 \mu\text{m}$  以上とこれまでのダストと比較して極めて大きい。また、形状も岩石のような塊状である。この塊状のダストについて種々調査した結果、結晶粒の一部もしくは結晶粒自体がスパッタリングにより抽出されたようなモードになっていることが判明した。そこで、本発明者らは隣接する結晶粒のサイズに着目して調査した結果、隣接する結晶粒の粒径サイズに大きな差が生じている場合に、上述したような巨大なダストが発生することを見出した。

すなわち、ターゲット表面はスパッタリングによりかなりの熱影響を受け、それぞれの結晶粒が有する歪みを回復しようとする。各結晶粒が有している歪み量は、結晶粒のサイズによって異なる。大きな結晶粒が歪みを回復する過程において、それに隣接して小さな結晶粒が存在していると多大な応力を受ける。その結果として、小さな結晶粒の一部もしくはそのもの自体が飛散してしまうという現象が引き起こされる。

このような隣接する結晶粒の粒径サイズの差に起因して、結晶粒の一部もしくはそのもの自体が飛散すると、巨大ダストとして基板上に付着し、Nb膜の歩留りを低下させることになる。そこで、本発明のスパッタターゲットにおいては、隣接する結晶粒の粒径サイズの比を  $0.1 \sim 10$  の範囲としている。

隣接する結晶粒の粒径サイズの比を10倍以下もしくは $1/10$ 以上とすることによって、熱影響を受けた結晶粒が歪みを回復しようとする過程における応力差を緩和することができる。これによって、結晶粒の一部やそのもの自体の飛散を抑えることが可能となる。その結果として、巨大ダストの発生が抑制され、Nb膜やそれを具備する配線膜の歩留りを大

幅に向上させることができる。隣接する結晶粒の粒径サイズ比は 0.5～5の範囲とすることがより好ましく、さらに好ましくは 0.5～1.5の範囲とすることである。

また、隣接する結晶粒の粒径サイズ比のバラツキは、ターゲット全体として±30% 以内とすることが好ましい。このように、ターゲット全体の粒径サイズ比のバラツキを低く抑えることによって、それを用いて形成したNb膜全体として巨大ダストの発生を抑制することができる。ターゲット全体の隣接する結晶粒の粒径サイズ比のバラツキは±15% 以内とすることがより好ましく、さらに好ましくは±10% 以内である。

隣接する結晶粒の粒径サイズ比は、任意の倍率で測定された結晶組織写真（例えば倍率 200倍の光学顕微鏡写真）に直線を引き、その直線に掛かりかつお互いに隣接する30個の結晶粒の結晶粒径（この場合の結晶粒径は 1個の結晶粒を囲む最小円の直径を指す）を測定する。この際の隣接する結晶粒の粒径サイズの比を指すものとする。

また、粒径サイズ比のバラツキは、以下のようにして求めた値を指すものである。例えば、直径 320～330mmのスパッタターゲットの表面から 9点の分析用サンプルを採取する。各サンプルは、ターゲットの中心と中心に対してX軸方向およびY軸方向にそれぞれ75mm、150mmの各位置から採取する。これら 9点の分析用サンプルの粒径サイズ比を測定する。それらの最大値および最小値から以下の式に基づいてバラツキを求める。

$$\text{バラツキ} [\%] = \{ (\text{最大値} - \text{最小値}) / (\text{最大値} + \text{最小値}) \} \times 100$$

スパッタターゲット中のNb結晶粒は、上記したように隣接する結晶粒間の粒径サイズ比を 0.1～10の範囲とすることが特に重要であるが、Nb結晶粒の全体的な結晶粒径のバラツキが大きいと、スパッタ率の異なる結晶粒が多くなり、隣り合う結晶粒間の段差がより大きくなる。こ

のため、Nb結晶粒の結晶粒径は平均結晶粒径に対して 0.1～10倍の範囲とする。

Nb結晶粒の具体的な平均結晶粒径は  $100\mu\text{m}$  以下の範囲とすることが好ましい。平均結晶粒径が  $100\mu\text{m}$  を超えるとダストが増加し、得られる薄膜の配線抵抗率のバラツキが大きくなる。Nb結晶粒の平均結晶粒径は  $75\mu\text{m}$  以下であることがより好ましく、さらに好ましくは  $50\mu\text{m}$  以下である。

なお、Nb結晶粒の平均結晶粒径は、以下のようにして求めた値とする。まず、スパッタターゲットの表面から組成バラツキの測定の場合と同様してサンプルを採取する。各サンプルを研磨し、表面を  $\text{HF} : \text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O} = 2:2:1$  のエッチング液でエッチングした後、光学顕微鏡で組織観察を行う。倍率 200倍の光学顕微鏡写真上に直径  $50\text{mm}$  の円を描き、その円内に含まれると共に、円周により切られない結晶粒の個数（個数A）と、円周により切られる結晶粒の個数（個数B）とを数える。そして、[円内の結晶粒の総数＝個数A＋個数B/2]に基づいて結晶粒1個の面積を算出する。1個の結晶粒の断面を円と見なし、平均結晶粒径をその直径として算出する。

本発明のスパッタターゲットは、例えば以下のようにして作製することができる。

まず、スパッタターゲットの形成原料となる高純度Nbを作製する。具体的には、Ta含有量が  $3000\text{ppm}$  以下の  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  含有精鉱を化学的に処理して高純度酸化物とする。次いで、Alによるテルミット還元法を利用して粗金属Nbを得る。これを例えばエレクトロンビーム（EB）溶解して高純度Nbを精製する。

この際、EB溶解などによる溶解工程は、Ta含有量の減少やバラツキの低減、さらには酸素含有量の減少やバラツキの低減を目的として、

複数回繰り返し実施することが好ましい。T a 含有量のバラツキの低減には、ゾーンリファリングにより N b 中に存在している T a を均一分散させることも効果的である。

次に、得られた N b のインゴットに対して鍛造、圧延による塑性加工を施す。この塑性加工時の加工率は例えば 50～98%とする。このような加工率の塑性加工によれば、インゴットに適当量の熱エネルギーを与えることができ、そのエネルギーによって T a や酸素の均質化（バラツキの減少）を図ることができる。塑性加工工程においては、必要に応じて中間熱処理を実施してもよい。

また、上述した塑性加工により付与されるエネルギーは、インゴットが有する結晶粒を破壊する。さらに、微小内部欠陥の除去に対しても有効な作用をもたらす。その後、800～1300℃程度の温度で1時間以上の熱処理を施す。塑性加工により一旦結晶粒を破壊した N b 材に対して熱処理を施し、N b の結晶組織を再結晶組織とすることによって、N b 結晶粒の結晶粒径を制御することができる。具体的には、各結晶粒の結晶粒径を平均結晶粒径に対して 0.1～10 倍の範囲とすると共に、隣接する結晶粒の粒径サイズ比を 0.1～10 の範囲とすることができる。再結晶組織化は T a 含有量や酸素含有量のバラツキの低減にも寄与する。

このようにして得られる高純度 N b 素材を所望の円板状に機械加工し、これを例えば A l からなるバックングプレートと接合する。バックングプレートとの接合には、ホットプレスなどによる拡散接合を適用することが好ましい。拡散接合時の温度は 400～600℃の範囲とすることが好ましい。これは融点が 660℃である A l の塑性変形の防止すると共に、ターゲット中の T a 原子や酸素原子の拡散を防止し、さらにターゲット中の N b 結晶粒の結晶粒径に悪影響を及ぼすことを防止するためである。ここで得られた素材を所定サイズに機械加工することによって、本発明

のスパッタターゲットが得られる。

本発明のスパッタターゲットは、各種電子デバイスの配線膜形成用として用いることができるが、A l 膜（またはA l 合金膜）に対するライナー材としてのN b 膜を形成する際に特に好ましく用いられる。本発明のスパッタターゲットを用いてスパッタ成膜してなるN b 膜は、T a 含有量が3000ppm 以下、さらに2000ppm 以下、1000ppm 以下となり、そのバラツキは±30% 以内、さらに 15%以内となる。また、酸素含有量については200ppm以下、さらに150ppm以下、100ppm以下となり、そのバラツキについては±80% 以内、さらに 50%以内、 30%以内となる。加えて、ダスト（特に巨大ダスト）の存在数が極めて少ないものである。

このようなN b 膜は、上述したようにA l 配線のライナー材に好適であり、本発明により得られるN b 膜上にA l 膜やA l 合金膜を存在させて配線膜が構成される。このような配線膜によれば、D D 配線技術を適用する際に好適な配線膜構造を提供することができる。そして、256Mビットや1GビットのD R A Mなどに求められている、例えば  $4\mu\Omega\text{cm}$  以下という抵抗率を十分にかつ再現性よく満足させることが可能となる。これは信号遅延の抑制に大きく貢献する。さらに、高密度配線を高信頼性の下で再現性よく実現することが可能となる。これは配線膜の歩留り向上に大きく貢献する。

上述したような配線膜は、半導体デバイスに代表される各種の電子部品に使用することができる。具体的には、U L S I やV L S I などの半導体デバイス、さらにはS A W デバイス、T P H、L C D デバイスなどの電子部品が挙げられる。

図1は、本発明のスパッタターゲットを使用して形成したN b 膜を有するD D 配線構造を具備する半導体デバイスの一構成例を示す断面図である。図1において、1は素子構造が形成されたS i 基板である。S i

基板 1 上には絶縁膜 2 が形成されており、この絶縁膜 2 にはコンタクトホール（図示せず）を介して素子構造に接続された第 1 の A 1 配線 3 が形成されている。

第 1 の A 1 配線 3 を有する絶縁膜 2 上には層間絶縁膜 4 が形成されており、この層間絶縁膜 4 に配線溝 5（5 a、5 b、5 c）が設けられている。配線溝 5 a、5 c は層間絶縁膜 4 の表面部に設けられている。配線溝 5 b は第 1 の A 1 配線 3 に達するように形成されており、接続孔（ヴィアホール）である。

各配線溝 5 a、5 b、5 c 内には、まず本発明のスパッタターゲットを使用して形成した Nb 膜 6 がライナー材として形成されている。そして、この Nb 膜 6 上に A 1 膜または A 1 合金膜からなる第 2 の A 1 配線 7 が形成されている。これらによって、DD 構造の A 1 配線膜 8 が構成されている。なお、図中 9 は絶縁膜である。

本発明のスパッタターゲットを使用して形成した Nb 膜 6 を有する A 1 配線膜 8 は、前述したように  $4\mu\Omega\text{cm}$  以下というような抵抗率を満足するものであるため、例えば 256Mビットや 1Gビット以上の DRAM などの半導体デバイスの動作特性や信頼性を高めることが可能となる。さらに、巨大ダストの混入などが少ないことから、高密度配線を高信頼性の下で再現性よく実現することが可能となる。

次に、本発明の具体的な実施例およびその評価結果について述べる。

#### 実施例 1

まず、Ta 含有量が 3000ppm 以下の  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  含有精鉱を化学的に処理して高純度酸化物とし、これを A 1 によるテルミット還元法を利用して粗金属 Nb を得た。このような粗金属 Nb をいくつか用意し、これらを 1 回から複数回の間で適宜 EB 溶解して、Ta 含有量が異なる 6 種類の Nb インゴット（直径 230mm）を作製した。



これら各Nbインゴットを直径130mmになるまで絞り鍛造し、これを1400℃でアニールした後、再び直径230～240mmまで鍛造し、さらにクロス圧延で直径320～330mmの円板状とした。これら円板状のNb板に対してそれぞれ1100℃×120minの条件で熱処理を施すことによって、再結晶組織とした。

上記した熱処理後の各Nb板を切削加工して接合用Nb板とし、これらと予め用意したバックングプレート用Al合金板とを、温度400～600℃、圧力250kg/cm<sup>2</sup>の条件でホットプレスして、ターゲット素材となる接合体を作製した。このようにして得た各接合体を直径320mm×厚さ10mmまで機械加工することによって、目的とするNbスパッタターゲットをそれぞれ得た。

このようにして得た6種類のNbターゲットのTa含有量とそのバラツキを前述した方法に基づいて測定した。Ta含有量は通常使用されているICP-AES（結合プラズマ原子発光分光分析装置：セイコー電子工業社製SPS1200A（商品名））によって分析した。Nbターゲット中のTa含有量とそのバラツキを表1に示す。

次に、上記した6種類のNbスパッタターゲットをそれぞれ用いて、スパッタ方式：ライナースパッタ、背圧： $1 \times 10^{-5}$  (Pa)、出力DC：15 (kW)、スパッタ時間：1 (min)の条件下で、予め配線溝を形成したSiウエハ(8インチ)上にNb膜を成膜し、配線溝内を含めて厚さ0.5μmのライナー膜を形成した。その後、Al-0.5wt%Cuターゲットを用いて、上記した条件と同様な条件下でスパッタを実施し、厚さ1μm程度のAl薄膜を形成した。これをリフロー処理によって配線溝内に充填した後、余分なAl膜をCMPで除去することにより配線を形成した。これら各配線の抵抗率を測定した。その結果を表1に示す。

表 1

ターゲット No	T a 含有量 (ppm)	T a 含有量の バラツキ (%)	配線抵抗率 ( $\mu \Omega \text{cm}$ )
No. 1	550	11	3.1
No. 2	1550	27	3.5
No. 3	1830	40	3.9
No. 4	2540	5	3.8
No. 5	3300	17	10.5
No. 6	8220	58	15.8

表 1 から明らかなように、試料 1 ～試料 4 の本発明の Nb ターゲットを用いて成膜した Nb 膜を具備する配線膜は、抵抗率が他の配線膜と比較して半分以下であることが判明した。このような Nb ライナー膜を有する配線膜を使用することによって、配線の低抵抗率化を図ることができ、さらには製品歩留りを大幅に向上させることが可能となる。

## 実施例 2

実施例 1 と同様にして作製した粗金属 Nb を 3 回 EB 溶解してインゴットを作製した。この Nb インゴットを実施例 1 と同一条件で塑性加工した後、熱処理条件を変えて 6 種類の Nb 材を作製した。熱処理温度は 300℃、600℃、800℃、1100℃、1300℃とし、それぞれ 60min の熱処理を行った。また、熱処理を施さない Nb 材を作製した。

このような 6 種類の Nb 材を用いて、それぞれ実施例 1 と同様にして Nb スパッタターゲットを作製した。Ta 含有量については、実施例 1 と同様に IPC-AES によって分析した。Ta 含有量は 1830ppm、そのバラツキは 20%であった。

次に、上記した 6 種類の Nb スパッタターゲットをそれぞれ用いて、

スパッタ方式：ライナースパッタ、背圧： $1 \times 10^{-5}$  (Pa)、出力DC：15 (kW)、スパッタ時間：1 (min) の条件下で、予め配線溝を形成したSiウエハ (8インチ) 上にNb膜を成膜し、配線溝内を含めて厚さ  $0.5 \mu\text{m}$  のライナー膜を形成した。その後、Al-0.5wt%Cuターゲットを用いて、上記した条件と同様な条件下でスパッタを実施し、厚さ  $1 \mu\text{m}$  程度のAl薄膜を形成した。これをリフロー処理によって配線溝内に充填した後、余分なAl膜をCMPで除去することにより配線を形成した。これから各配線の抵抗率を測定した。その結果を表2に示す。

表 2

ターゲット No	熱処理温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	配線抵抗率 ( $\mu\Omega\text{cm}$ )
No. 1	無処理	3.8
No. 2	300	3.7
No. 3	600	3.5
No. 4	800	3.2
No. 5	1100	3.1
No. 6	1300	3.1

表2から明らかなように、本発明のNbスパッタターゲットを用いて成膜したNb膜を具備する配線膜は良好な抵抗率を示した。よって、このようなNbライナー膜を有する配線膜を用いることによって、配線の低抵抗率化を図ることができ、さらには製品歩留まりを大幅に向上させることが可能となる。

### 実施例 3

まず、酸素量を変化させた粗金属Nbを用意し、これらを1回から複数回の間で適宜EB溶解して、酸素含有量が異なる6種類のNbインゴ

ット（直径 230mm）を作製した。

これら各Nbインゴットを直径 130mmになるまで絞り鍛造し、これを 1400℃でアニールした後、再び直径 230～ 240mmまで鍛造し、さらにクロス圧延で直径 320～ 330mmの円板状とした。これら円板状のNb板に対してそれぞれ1100℃×120minの条件で熱処理を施すことによって、再結晶組織とした。

上記した熱処理後の各Nb板を切削加工して接合用Nb板とし、これらと予め用意したバックングプレート用Al合金板とを、温度 400～ 600℃、圧力250kg/cm<sup>2</sup>の条件でホットプレスして、ターゲット素材となる接合体を作製した。このようにして得た接合体を直径 320mm×厚さ 10mmまで機械加工することによって、目的とするNbスパッタターゲットをそれぞれ得た。

このようにして得た 6種類のNbターゲットの酸素含有量とそのバラツキを前述した方法に基づいて測定した。酸素含有量は通常使用されている不活性ガス融解・赤外線吸収装置（LECO社製TC-436（商品名））により測定した。Nbターゲット中の酸素含有量とそのバラツキを表 3 に示す。

次に、上記した 6種類のNbスパッタターゲットをそれぞれ用いて、スパッタ方式：ライナースパッタ、背圧： $1 \times 10^{-5}$  (Pa)、出力DC：10 (kW)、スパッタ時間：3 (min)の条件下で、予め配線溝を形成したSiウエハ（8インチ）上にNb膜を成膜し、配線溝内を含めて厚さ20μmのライナー膜を形成した。その後、Al-0.5wt%Cuターゲットを用いて、上記した条件と同様な条件下でスパッタを実施し、厚さ 1μm程度のAl薄膜を形成した。これをリフロー処理によって配線溝内に充填した後、余分なAl膜をCMPで除去することにより配線を形成した。これら各配線の抵抗率を測定した。その結果を表 3 に示す。

表 3

ターゲット No	酸素含有量 (ppm)	酸素含有量の バラツキ (%)	配線抵抗率 ( $\mu \Omega \text{cm}$ )
No. 1	10	$\pm 82$	4.2
No. 2	10	$\pm 40$	3.0
No. 3	50	$\pm 23$	3.1
No. 4	60	$\pm 64$	3.1
No. 5	100	$\pm 27$	3.2
No. 6	110	$\pm 68$	3.4
No. 7	140	$\pm 38$	3.5
No. 8	320	$\pm 31$	4.1
No. 9	630	$\pm 22$	4.4
No. 10	820	$\pm 20$	4.7

表 3 から明らかなように、本発明の Nb スパッタターゲット（試料 2 ～ 試料 7）を用いて成膜した Nb 膜を具備する配線膜は、抵抗率が他の配線膜と比較して低いことが判明した。従って、このような Nb ライナー膜を有する配線膜を使用することによって、配線の低抵抗率化を図ることができ、さらには製品歩留りを大幅に向上させることが可能となる。

#### 実施例 4

実施例 3 における試料 3 のターゲットと同一条件で、Nb インゴットを作製した。この Nb インゴットを実施例 3 と同一条件で塑性加工した後、熱処理条件を変えて 6 種類の Nb 材を作製した。熱処理温度は 300℃、600℃、800℃、1100℃、1300℃とし、それぞれ 60min の熱処理を行った。また、熱処理を施さない Nb 材を作製した。

このような 6 種類の Nb 材を用いて、それぞれ実施例 1 と同様にして

Nbスパッタターゲットを作製した。酸素含有量について、実施例3と同様にして測定した結果、実施例3における試料3のターゲットとほぼ同様な値を示した。

次に、上記した6種類のNbスパッタターゲットをそれぞれ用いて、スパッタ方式：ライナースパッタ、背圧： $1 \times 10^{-5}$  (Pa)、出力DC：10 (kW)、スパッタ時間：3 (min)の条件下で、予め配線溝を形成したSiウエハ(8インチ)上にNb膜を成膜し、配線溝内を含めて厚さ $20 \mu\text{m}$ のライナー膜を形成した。その後、Al-0.5wt%Cuターゲットを用いて、上記した条件と同様な条件下でスパッタを実施し、厚さ $1 \mu\text{m}$ 程度のAl薄膜を形成した。これをリフロー処理によって配線溝内に充填した後、余分なAl膜をCMPで除去することにより配線を形成した。これら各配線の抵抗率を測定した。その結果を表4に示す。

表4

ターゲット No	熱処理温度 (℃)	配線抵抗率 ( $\mu\Omega\text{cm}$ )
No. 1	無処理	4.9
No. 2	300	4.3
No. 3	600	3.8
No. 4	800	3.1
No. 5	1100	2.9
No. 6	1300	3.0

表4から明らかなように、本発明のNbスパッタターゲット(試料3～試料6)を用いて成膜したNb膜を具備する配線膜は、良好な抵抗率を示した。従って、このようなNbライナー膜を有する配線膜を用いることによって、配線の低抵抗率化を図ることができ、さらには製品歩留り

を大幅に向上させることが可能となる。

#### 実施例 5

まず、実施例 1 と同様にして作製した粗金属 Nb を EB 溶解して、直径 230mm の Nb インゴットを作製した。このような Nb インゴットに対して実施例 1 と同様な鍛造および圧延を施した。ただし、各段階での加工条件を変えることによって、それぞれ表 5 に示す加工率で塑性加工した。なお、加工率の計算方法は、 $\{ 100 - (\text{塑性加工後の Nb 材の厚さ} / \text{インゴットの長さ}) \times 100 \}$  とする。

このようにして得た円板状の Nb 板に対して、それぞれ  $1100^{\circ}\text{C} \times 120 \text{ min}$  の条件で熱処理を施して再結晶組織とした。これら各 Nb 板を切削加工して接合用 Nb 板とし、これらと予め用意したバックリングプレート用 Al 合金板とを、温度  $400 \sim 600^{\circ}\text{C}$ 、圧力  $250 \text{ kg/cm}^2$  の条件でホットプレスして、ターゲット素材となる接合体を作製した。このようにして得た接合体を直径  $320 \text{ mm} \times$  厚さ  $10 \text{ mm}$  まで機械加工することによって、目的とする Nb スパッタターゲットをそれぞれ得た。

次に、上記した各 Nb スパッタターゲットをそれぞれ用いて、スパッタ方式：DC スパッタ、背圧： $1 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ 、出力 DC：15kW、スパッタ時間：1min の条件下で、Si ウエハ (8 インチ) 上に厚さ  $0.5 \mu\text{m}$  の Nb 膜をそれぞれ成膜した。なお、成膜した Si 基板の枚数はそれぞれ 500 枚とした。

これら各 Nb 膜について、Nb 結晶粒の平均結晶粒径に対する粒径範囲、隣接する結晶粒の粒径サイズ比およびそのバラツキを測定した。さらに、各 Nb 膜中に存在する大きさ  $1 \mu\text{m}$  以上の巨大ダストの数を測定した。それらの結果を表 5 に示す。

表 5

ターゲット No	加工率 (%)	平均結晶粒径 ( $\mu\text{m}$ )	平均結晶粒径に対する 結晶粒径の範囲 (%)	隣接する結晶粒の粒径サイズ比		ダストの平均個数 (大きさ $1\mu\text{m}$ 以上) (個/枚)
				粒径サイズ比	TG中のバラツキ (%)	
1	95	30	0.7	0.6	2	0
2	87	70	4.5	1.2	5	0
3	55	100	7.8	5.8	12	0
4	25	190	0.05	5	35	0.8
5	33	280	15.8	17	45	0.6
6	14	350	23.2	58	67	1.2

表 5 から明らかなように、本発明の Nb スパッタターゲット（試料 1 ～試料 3）を用いて成膜した Nb 膜では、巨大ダストが存在していないのに対し、本発明との比較例として作製した Nb スパッタターゲット（試料 4 ～試料 6）では、それを用いて成膜した Nb 膜中に巨大ダストが存在していることが分かる。従って、このような本発明の Nb 膜を用いることによって、配線膜およびそれを用いた各種デバイスの歩留りを大幅に向上させることが可能となる。

#### 実施例 6

実施例 5 と同様にして、加工率 85% で鍛造および圧延を施した Nb 板に対し、熱処理なし、あるいは 300℃、600℃、800℃、1100℃、1300℃で 60min の熱処理を施して、6 種類の Nb 材を作製した。これら 6 種類の Nb 材を用いて、それぞれ実施例 1 と同様にして Nb スパッタターゲットを作製した。

次に、上記した 6 種類の Nb スパッタターゲットをそれぞれ用いて、スパッタ方式：DC スパッタ、背圧： $1 \times 10^{-5}$  Pa、出力 DC：15kW、ス



パッタ時間：1minの条件下で、S i ウエハ(8インチ)上に厚さ  $0.5\mu\text{m}$  のNb膜をそれぞれ成膜した。なお、成膜したS i 基板の枚数はそれぞれ 500枚とした。

これら各Nb膜について、Nb結晶粒の平均結晶粒径に対する粒径範囲、隣接する結晶粒の粒径サイズ比およびそのバラツキを測定した。さらに、各Nb膜中に存在する大きさ  $1\mu\text{m}$  以上の巨大ダストの数を測定した。それらの結果を表6に示す。

表 6

ターゲット No	熱処理温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	平均結晶粒径 ( $\mu\text{m}$ )	平均結晶粒径に対する 結晶粒径の範囲 (%)	隣接する結晶粒の粒径サイズ比		ダストの平均個数 (大きさ $1\mu\text{m}$ 以上) (個/枚)
				粒径サイズ比	TG中のバラツキ (%)	
1	無処理	—	—	—	—	3.5
2	300	—	—	—	—	1.2
3	600	—	—	—	—	0.1
4	800	10	0.5	7.8	1.2	0
5	1100	30	1.3	1.1	4.4	0
6	1300	70	4.7	0.7	12	0

表6から明らかなように、本発明のNbスパッタターゲット（試料4～試料6）を用いて成膜したNb膜では、巨大ダストが存在していないのに対し、本発明との比較例として作製したNbスパッタターゲット（試料1～試料3）では、それを用いて成膜したNb膜中に巨大ダストが存在していることが分かる。従って、このような本発明のNb膜を用いることによって、配線膜およびそれを用いた各種デバイスの歩留りを大幅に向上させることが可能となる。

## 産業上の利用可能性

本発明のNbスパッタターゲットは、従来達成することができなかった低抵抗率の配線膜を得ることを可能したものである。あるいは、巨大ダストの発生を再現性よく抑制することを可能にしたものである。従って、このようなスパッタターゲットを用いて成膜した配線膜によれば、配線の低抵抗率化を図ることができ、さらに信頼性や歩留りを大幅に向上させることが可能となる。

## 請 求 の 範 囲

1. T a 含有量が3000ppm 以下の高純度N bからなることを特徴とするスパッタターゲット。
2. 請求項1記載のスパッタターゲットにおいて、  
ターゲット全体の前記T a 含有量のバラツキが±30% 以内であることを特徴とするスパッタターゲット。
3. 請求項1記載のスパッタターゲットにおいて、  
前記T a 含有量が1000ppm 以下であることを特徴とするスパッタターゲット。
4. 請求項1記載のスパッタターゲットにおいて、  
酸素含有量が200ppm以下であることを特徴とするスパッタターゲット。
5. 請求項1記載のスパッタターゲットにおいて、  
前記N bの平均結晶粒径が 100 $\mu$ m 以下であることを特徴とするスパッタターゲット。
6. 請求項1記載のスパッタターゲットにおいて、  
前記N bの各結晶粒は、平均結晶粒径に対して 0.1～10倍の範囲の粒径を有すると共に、隣接する結晶粒の粒径サイズの比が 0.1～10の範囲であることを特徴とするスパッタターゲット。
7. 請求項1記載のスパッタターゲットにおいて、  
前記スパッタターゲットはバックングプレートと接合されていることを特徴とするスパッタターゲット。
8. 請求項7記載のスパッタターゲットにおいて、  
前記スパッタターゲットと前記バックングプレートとは拡散接合されていることを特徴とするスパッタターゲット。
9. 請求項1記載のスパッタターゲットにおいて、

A l 膜またはA l 合金膜に対するライナー材としてのN b 膜の形成に用いられることを特徴とするスパッターターゲット。

10. 高純度N b からなるスパッターターゲットであって、前記N b の各結晶粒は、平均結晶粒径に対して 0.1~10倍の範囲の粒径を有すると共に、隣接する結晶粒の粒径サイズの比が 0.1~10の範囲であることを特徴とするスパッターターゲット。

11. 請求項 10 記載のスパッターターゲットにおいて、

ターゲット全体の前記隣接する結晶粒の粒径サイズの比のバラツキが ±30% 以内であることを特徴とするスパッターターゲット。

12. 請求項 10 記載のスパッターターゲットにおいて、

前記隣接する結晶粒の粒径サイズの比が 0.5~ 5の範囲であることを特徴とするスパッターターゲット。

13. 請求項 10 記載のスパッターターゲットにおいて、

前記N b の平均結晶粒径は 100  $\mu$ m 以下であることを特徴とするスパッターターゲット。

14. 請求項 10 記載のスパッターターゲットにおいて、

酸素含有量が200ppm以下であることを特徴とするスパッターターゲット。

15. 請求項 10 記載のスパッターターゲットにおいて、

前記スパッターターゲットはバックングプレートと接合されていることを特徴とするスパッターターゲット。

16. 請求項 15 記載のスパッターターゲットにおいて、

前記スパッターターゲットと前記バックングプレートとは拡散接合されていることを特徴とするスパッターターゲット。

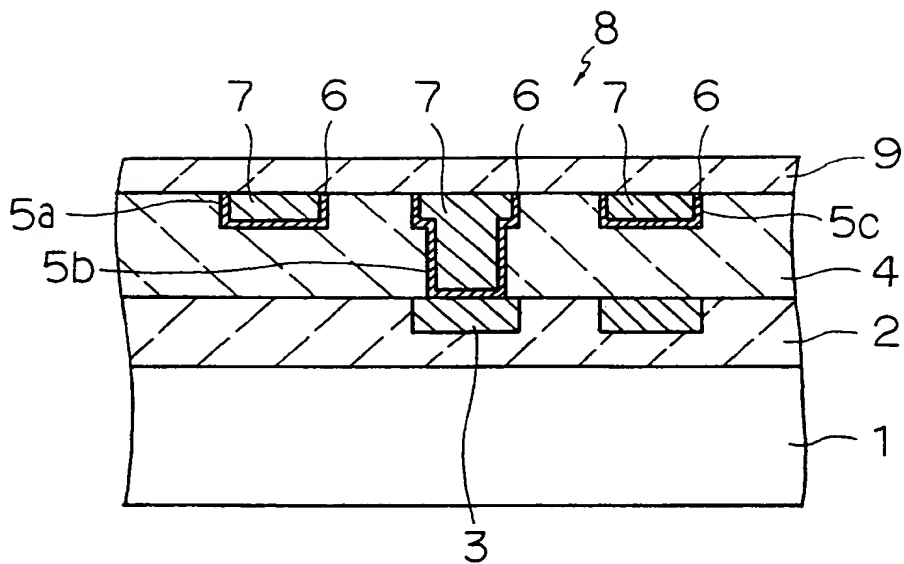
17. 請求項 11 記載のスパッターターゲットにおいて、

A l 膜またはA l 合金膜に対するライナー材としてのN b 膜の形成に用いられることを特徴とするスパッターターゲット。

18. 酸素含有量が200ppm以下の高純度Nbからなることを特徴とするスパッタターゲット。
19. 請求項18記載のスパッタターゲットにおいて、  
ターゲット全体の前記酸素含有量のバラツキが $\pm 80\%$ 以内であることを特徴とするスパッタターゲット。
20. 請求項18記載のスパッタターゲットにおいて、  
前記酸素含有量が100ppm以下であることを特徴とするスパッタターゲット。
21. 請求項18記載のスパッタターゲットにおいて、  
前記スパッタターゲットはバックングプレートと接合されていることを特徴とするスパッタターゲット。
22. 請求項21記載のスパッタターゲットにおいて、  
前記スパッタターゲットと前記バックングプレートとは拡散接合されていることを特徴とするスパッタターゲット。
23. 請求項18記載のスパッタターゲットにおいて、  
Al膜またはAl合金膜に対するライナー材としてのNb膜の形成に用いられることを特徴とするスパッタターゲット。

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

F I G . 1



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/03407

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
Int.Cl<sup>6</sup> C23C14/34, H01L21/285

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>6</sup> C23C14/00-14/58, C22C1/02, 27/02, H01L21/285, 21/3205

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-1999

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-1999 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-1999

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

JOIS, ECLA

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	JP, 63-138790, A (Director General, Agency of Industrial Science and Technology), 10 June, 1988 (10. 06. 88), Page 1, left column, lines 5 to 9 (Family: none)	1, 3, 4, 7-9, 18, 20-23 2, 5, 6, 10-17, 19
Y A	JP, 62-103335, A (Toyo Soda Manufacturing Co., Ltd.), 13 May, 1987 (13. 05. 87), Page 1, left column, lines 5, 6 ; page 2, upper left column, line 20 to page 3, upper left column, line 3 ; Table 2 (Family: none)	1, 3, 4, 7-9, 18, 20-23 2, 5, 6, 10-17, 19
Y A	JP, 3-36229, A (Cabot Corp.), 15 February, 1991 (15. 02. 91), Page 1, left column, lines 6 to 12 ; page 9, lower right column, line 7 to page 10, upper left column, line 9 & GB, 2233349, A	18 4, 14, 20

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date  
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
21 September, 1999 (21. 09. 99)

Date of mailing of the international search report  
28 September, 1999 (28. 09. 99)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/03407

## C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	JP, 10-158829, A (Sony Corp.), 16 June, 1998 (16. 06. 98), Page 3, column 3, line 40 to column 4, line 33 (Family: none)	7, 8, 21, 22 15, 16
Y A	JP, 9-143707, A (Hitachi Metals, Ltd.), 3 June, 1997 (03. 06. 97), Page 3, column 3, lines 13 to 36 (Family: none)	7, 8, 21, 22 15, 16
Y A	JP, 1-42857, A (Seiko Epson Corp.), 15 February, 1989 (15. 02. 89), Page 1, left column, lines 5 to 17 ; page 3 ; Fig. 2 (Family: none)	9, 23 17
Y A	EP, 307272, A2 (SGS-THOMSON MICROELECTRONICS, INC.), 15 March, 1989 (15. 03. 89), Page 4, column 5, lines 37 to 46 & JP, 1-99255, A	9, 23 17
P, A	JP, 11-54611, A (Toshiba Corp.), 26 February, 1999 (26. 02. 99), Page 3, column 4, line 27 to page 4, column 5, line 3 ; page 9, column 16, lines 30 to 41 (Family: none)	9, 17, 23

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>6</sup> C 23 C 14/34, H 01 L 21/285

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>6</sup> C 23 C 14/00-14/58, C 22 C 1/02, 27/02,  
H 01 L 21/285, 21/3205

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996  
 日本国公開実用新案公報 1971-1999  
 日本国登録実用新案公報 1994-1999  
 日本国実用新案登録公報 1996-1999

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

JOIS, ECLA

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y A	JP, 63-138790, A(工業技術院長), 10. 6月. 1988 (10. 06. 08), 第1頁左欄第5行-第9行(ファミリーなし)	1, 3, 4, 7-9 , 18, 20-23 2, 5, 6, 10- 17, 19
Y A	JP, 62-103335, A(東洋曹達工業株式会社), 13. 5月. 1987 (13. 05. 87), 第1頁左欄第5行-第6行、第2頁左上欄第20行 -第3頁左上欄第3行、及び表2(ファミリーなし)	1, 3, 4, 7-9 , 18, 20-23 2, 5, 6, 10- 17, 19
Y A	JP, 3-36229, A(キャボット コーポレイション), 15. 2月. 1991 (15. 02. 91), 第1頁左欄第6行-第12行、第9頁右下欄第7行-	18 4, 14, 20

☒ C欄の続きにも文献が列举されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&amp;」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

21. 09. 99

国際調査報告の発送日

28.09.99

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

山田 靖



4G

8116

電話番号 03-3581-1101 内線 3414

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
	第10頁左上欄第9行 & GB, 2233349, A	
Y A	JP, 10-158829, A(ソニー株式会社), 16. 6月. 1998 (16. 06. 98), 第3頁第3欄第40行-第4欄第33行(ファミリーなし)	7, 8, 21, 22 15, 16
Y A	JP, 9-143707, A(日立金属株式会社), 3. 6月. 1997 (03. 06. 97), 第3頁第3欄第13行-第36行(ファミリーなし)	7, 8, 21, 22 15, 16
Y A	JP, 1-42857, A(セイコーエプソン株式会社), 15. 2月. 1989 (15. 02. 89), 第1頁左欄第5行-第17行、第3頁第2図 (ファミリーなし)	9, 23 17
Y A	EP, 307272, A2(SGS-THOMSON MICROELECTRONICS, INC.), 15. 3月. 1989(15. 03. 89), 第4頁第5欄第37行-第46行 & JP, 1-99255, A	9, 23 17
P, A	JP, 11-54611, A(株式会社東芝), 26. 2月. 1999 (26. 02. 99), 第3頁第4欄第27行-第4頁第5欄第3行、第9頁 第16欄第30行-第41行(ファミリーなし)	9, 17, 23